

PAT-NO: JP410245410A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 10245410 A

TITLE: PRODUCTION OF PLASTIC OPTICAL FIBER, AND PLASTIC OPTICAL  
FIBER PRODUCED THEREBY

----- KWIC -----

Abstract Text - FPAR (2):

SOLUTION: In this method for producing a plastic optical fiber consisting of a clad layer and two or more core layers, each formed by polymerization of a resin molding material, the resin molding material comprises one or more types of monomers, a chain transfer agent and polymerization initiator, and the concentration of each of the chain transfer agent and polymerization initiator is changed within a range of 0.001 to 1mol% based on the total quantity of the monomer(s) and adjusted in such a way as to set the difference between the glass transition temperature (T<SB>g</SB>) of the layer having the highest T<SB>g</SB> level and that of the layer having the lowest T<SB>g</SB> level at 5 to 50&deg;C, preferably 5 to 30&deg;C.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-245410

(43)公開日 平成10年(1998)9月14日

(51)Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	F I
C 0 8 F 2/38		C 0 8 F 2/38
		2/00
G 0 2 B 6/00	3 6 6	G 0 2 B 6/00
6/18		6/18

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平9-49383

(22)出願日 平成9年(1997)3月4日

(71)出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72)発明者 藤井 隆志

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72)発明者 細谷 俊史

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72)発明者 池知 麻紀

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(74)代理人 弁理士 長谷川 芳樹 (外3名)

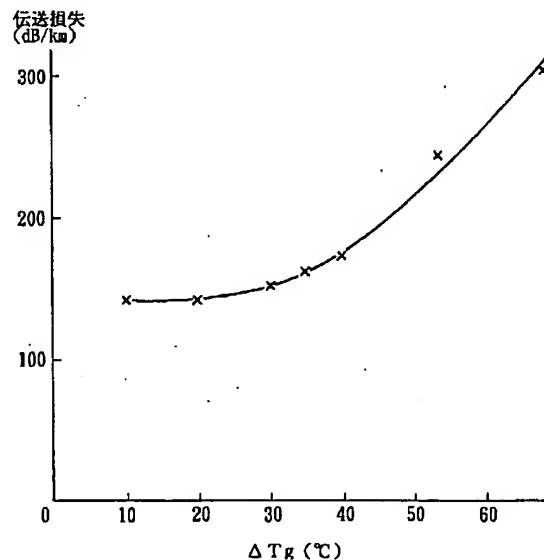
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 プラスチック光ファイバの製造方法及び該方法により製造されるプラスチック光ファイバ

(57)【要約】

【課題】 本発明の目的は、より良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバの製造方法を提供することである。

【解決手段】 本発明は、樹脂成形材料の重合により形成されるクラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファイバの製造方法において、樹脂成形材料が1又は複数のモノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含有し、かつ該モノマーの全量100モルに対して該連鎖移動剤を0.001モル〜1モルの範囲内にてそして重合開始剤を0.001〜1モルの範囲内にて変化させることにより、最大のT<sub>g</sub>(ガラス転移温度)を有する層のT<sub>g</sub>と最少のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>の差が5〜50℃、好ましくは5〜30℃になるように該連鎖移動剤及び重合開始剤の含有量を調整することを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 樹脂成形材料の重合により形成されるクラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファイバの製造方法において、樹脂成形材料が1又は複数のモノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含有し、かつ該モノマーの全量100モルに対して該連鎖移動剤を0.001モル～1モルの範囲内にてそして重合開始剤を0.003～3モルの範囲内にて変化させることにより、最大のT<sub>g</sub>（ガラス転移温度）を有する層のT<sub>g</sub>と最少のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>の差が5～50℃になるように該連鎖移動剤及び該重合開始剤の含有量を調整することを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項2】 前記T<sub>g</sub>の差が5～30℃であることを特徴とする請求項1に記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項3】 隣接する層間のT<sub>g</sub>の差が、5～20℃であることを特徴とする請求項1又は2に記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項4】 隣接する層間のT<sub>g</sub>の差が、5～10℃あることを特徴とする請求項3に記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項5】 各層のT<sub>g</sub>が、外側の層にいくに従って高くなることを特徴とする請求項1～4のいずれか一つに記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項6】 前記連鎖移動剤が、n-ブチルメルカプタン、n-ペンチルメルカプタン及びn-オクチルメルカプタンからなる群より選ばれることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項7】 前記重合開始剤が、t-ブチルペルオキシプロピルカーボネート、t-ブチルペルオキシシアセート、ジ-t-ブチルペルオキシサイド及び過酸化ベンゾイルからなる群より選ばれることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項8】 樹脂成形材料の重合により形成されるクラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファイバの製造方法において、樹脂成形材料が1又は複数のモノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含有し、そして少なくとも一つの層を形成する樹脂成形材料がドーパントを含有しており、かつ該モノマーの全量100モルに対して該連鎖移動剤を0.001モル～1モルの範囲内にてそして重合開始剤を0.003～3モルの範囲内にて変化させ及び該ドーパントの種類及び／又は含有量を変化させることにより、最大のT<sub>g</sub>（ガラス転移温度）を有する層のT<sub>g</sub>と最少のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>の差が5～30℃となるように調整されることを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項9】 請求項1～8のいずれか一つに記載のプラスチック光ファイバの製造方法を用いて製造されたプ

ラスチック光ファイバ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はプラスチック光ファイバの製造方法及び該製造方法により製造されるプラスチック光ファイバに関する。特に、本発明は層を形成するプラスチック樹脂間のT<sub>g</sub>の差が特定の範囲内となるようにすることを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】一般に、プラスチック光ファイバは、径方向に沿って単調に変化する屈折率分布を持ったプラスチック光ファイバ母材を製造し、これを線引することで作製することができる。このような母材を構成するプラスチック光ファイバの重合方法としては、共重合反応を利用する方法（特開昭61-130904号公報、特開昭60-119509号公報、特開昭57-185001号公報及び特開平4-97302号公報に記載の方法）が知られている。

【0003】このうち、特開昭61-130904号公報には、共重合体を構成すべき二種類の単量体の反応性比の差を利用して、径方向に滑らかに変化する屈折率分布を形成する方法が開示されている。また、特開昭60-119509号公報には、重合体を数段階で内付けすることによりクラッド及びコアを形成する方法が開示されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、より良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバを製造する方法を提供することである。

## 【0005】

【問題を解決するための手段】本発明者らは、従来の方法により製造されたプラスチック光ファイバ母材は、所望の屈折率分布を有する一方、それを高温に曝し線引きしてプラスチック光ファイバを製造する際に、層間のガラス転移温度の違いに起因して微小な発泡が生じ、結果として良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバが得られにくいという欠点があることを見いだした。

【0006】そこで本発明者らは、クラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファイバの製造方法において、各層間のT<sub>g</sub>の差を特定の範囲に調整することにより、線引きの際に生じる問題を回避し、良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバを製造できることを見だし本発明を完成させた。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明は、樹脂成形材料の重合により形成されるクラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファイバの製造方法において、樹脂成形材料が1又は複数のモノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含有し、かつ該モノマーの全量100モルに対して該

連鎖移動剤を0.001モル～1モルの範囲内にてそして重合開始剤を0.003～3モルの範囲内にて変化させることにより、最大のT<sub>g</sub>（ガラス転移温度）を有する層のT<sub>g</sub>と最少のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>の差が5～50℃、好ましくは5～30℃になるように該連鎖移動剤及び重合開始剤の含有量を調整することを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法である。

【0008】本発明はまた、プラスチック光ファイバの隣接する層間のT<sub>g</sub>の差が、5～20℃、好ましくは5～10℃あることを特徴とする前記の製造方法である。

【0009】本発明はまた、樹脂成形材料の重合により形成されるクラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファイバの製造方法において、樹脂成形材料が1又は複数のモノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含有し、そして少なくとも一つの層を形成する樹脂成形材料がドーパントを含有しており、かつ該モノマーの全量100モルに対して該連鎖移動剤を0.001モル～1モルの範囲内にてそして重合開始剤を0.003～3モルの範囲内にて変化させ及び該ドーパントの種類及び/又は含有量を変化させることにより、最大のT<sub>g</sub>（ガラス転移温度）を有する層のT<sub>g</sub>と最少のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>の差が5～50℃、好ましくは5～30℃となるように調整されることを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法である。

【0010】上記いずれかの方法において、本発明の特に好ましい態様では、プラスチック光ファイバの各層のT<sub>g</sub>が、外側の層にいくに従って高くなるようにプラスチック光ファイバが製造される。

【0011】また、本発明のプラスチック光ファイバの製造方法においては、上記いずれかの製造方法においてクラッド層の樹脂成形材料としてワニスポリマーを用いるのが好ましい。

【0012】本発明のプラスチック光ファイバの製造方法においては、上記いずれかの製造方法において少なくとも一つの層が共重合体であるように樹脂成形材料を調整することが好ましい。

【0013】本発明のプラスチック光ファイバの製造方法においては、上記いずれかの製造方法において少なくとも一つの層がホモポリマーであるように樹脂成形材料を調整することが好ましい。

【0014】本発明はまた、上記のいずれかの製造方法により製造されるプラスチック光ファイバである。

【0015】以下、本発明のプラスチック光ファイバの製造方法及び該製造方法により製造されるプラスチック光ファイバを詳細に説明する。

【0016】＜ガラス転移温度の測定方法＞本発明において各層のガラス転移温度の測定は、DSC測定装置（MAC SCIENCE社製、モデルDSC3100）を用い、試料重量を50mg、昇温速度10℃/分の条件にて測定した。ガラス転移温度は、1度目の昇温

時の熱量変化率が階段状を示す部分（図1中のAの部分）のそれぞれに対する接線（接線1及び接線2）を求め、その2つの接線の交点が示す温度をT<sub>g</sub>とした。図1中においては、Xがガラス転移温度である。

【0017】本発明の製造方法により得られるプラスチック光ファイバにおいては、最大のT<sub>g</sub>（ガラス転移温度）を有する層のT<sub>g</sub>と最少のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>の差は5～50℃、好ましくは5～30℃、更に好ましくは5～20℃である。本発明においては、最大のT<sub>g</sub>を有する層はいずれの層であつてもかまわないが、好ましくは最外層である。プラスチック光ファイバの最大のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>と最小のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>の差（以下、単に最大のT<sub>g</sub>と最小のT<sub>g</sub>の差という場合あり）が、50℃より大きいと、線引きの際に微小な発泡を生じ、その結果、伝送特性が悪化する。一方、前記T<sub>g</sub>の差が、5℃より小さいと、外側の層が内側の層からずれ落ちる場合があり好ましくない。

【0018】本発明の製造方法により得られるプラスチック光ファイバにおいては、隣接する層間のT<sub>g</sub>の差は、5～20℃、好ましくは5～10℃である。隣接する層間のT<sub>g</sub>の差が20℃を超えると線引きの際に微小な発泡を生じ、その結果伝送特性が悪化する。一方、T<sub>g</sub>の差が5℃未満であると、外側の層が内側の層からずれ落ちる場合があり好ましくない。

【0019】本発明製造方法により得られるプラスチック光ファイバにおいては、最大のT<sub>g</sub>（ガラス転移温度）を有する層のT<sub>g</sub>と最少のT<sub>g</sub>を有する層のT<sub>g</sub>の差が5～50℃、好ましくは5～30、更に好ましくは5～20℃であり、かつ隣接する層間のT<sub>g</sub>の差が、5～20℃、好ましくは5～10℃であるのが特に良好な伝送特性を得られるので好ましい。

【0020】本発明のプラスチック光ファイバにおいては、各層のT<sub>g</sub>が、外側にいくに従って高くなるのが好ましい。これにより、より良好な伝送特性を得ることができる。

【0021】本発明の製造方法において用いられる樹脂成形材料に含有させるモノマーとしては、プラスチック光ファイバの製造に一般に用いられるモノマーが満足に使用されうる。例えば、メタクリル酸アルキル、例えばメタクリル酸メチル（MMA）、フタル酸ベンジル-n-ブチル（BBP）、アクリル酸フルオロアルキル、例えばアクリル酸イソプロピルあるいはこれらのフルオロ化合物、例えば、2-フルオロアクリル酸メチル（MFA）、2-フルオロアクリル酸2, 2, 2-トリフルオロエチル（3FFA）、1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロイソプロピルメタクリレート、2-フルオロアクリル酸1, 1-ジヒドロパーフルオロプロピル（5FFA）、2-フルオロアクリル酸ヘキサフルオロイソプロピル（HFIP12-FA）、2-フルオロアクリル酸ノナフルオロ-n-ブチル、メタクリル酸2,

2, 2-トリフルオロエチル等をあげることができる。上記のモノマーのうち、メタクリル酸アルキルが、重合性(ラジカル重合にて簡単に製造できる)、透明性、強度及びコストの点より好ましく、また、フッ素系モノマーが伝送損失を低くすることができる点で好ましい。特に、本発明においては、ロッドの成分が、メタクリル酸アルキル、たとえばメタクリル酸メチルを、又はフッ素系モノマー、例えば $\alpha$ -フルオロアクリル酸を50重量%以上の含有量にて含む重合体からなることが好ましい。

【0022】本発明で用いる樹脂成形材料においては、上記モノマーの一種のみを用いて、ホモポリマーよりなる層を製造することが可能である。本発明の製造方法においては、少なくとも一つの層がホモポリマーであることが線引きが容易となりかつ最終製品のプラスチック光ファイバにおいて伝送損失を低減できるので好ましい。

【0023】本発明で用いる樹脂成形材料においては、上記ポリマーの一種のみを用いて、ホモポリマーよりなる層を製造することが可能である。本発明の製造方法においては、少なくとも一つの層がホモポリマーからなるように製造されることが線引きが容易となりかつ最終製品のプラスチック光ファイバにおいて伝送損失を低減できるので好ましい。

【0024】本発明で用いる樹脂成形材料においては、上記ポリマーを2種以上用いて、共重合体よりなる層を製造することが可能である。本発明の製造方法においては、少なくとも一つの層が共重合体からなるように製造されることが線引きが容易となりかつ最終製品のプラスチック光ファイバにおいて伝送損失を低減できるので好ましい。

【0025】本発明の製造方法においては、少なくとも一つの層がホモポリマーからなりかつ少なくとも一つの層が共重合体からなるように製造されることが、線引きが特に容易となりかつ最終製品のプラスチック光ファイバにおいて伝送損失をよりよく低減できるので特に好ましい。

【0026】本発明の製造方法において、共重合体を含む樹脂成形材料を用いる場合は、上記のモノマーのうちから相溶性の良好なものを選択することにより行われうる。このような相溶性の良好なモノマーの組み合わせとしては、例えばメチルメタクリレートと2, 2, 2-トリフルオロエチルメタクリレート、メチルメタクリレートと1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロイソプロピルメタクリレート、1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロイソプロピルメタクリレートと2, 2, 2-トリフルオロエチルメタクリレート等の組み合わせを挙げることができ、これらのモノマーの共重合比を変えることによりTgを調節することも可能である。また、複数のモノマーを用いてTg及びTgの差を所望の範囲に調節する場合、一層のみに共重合体を用いることも複

数層に共重合体を用いることも可能である。

【0027】上記のモノマーを含有する樹脂成形材料を重合して層を形成するが、重合のための加温は、開始剤の開裂が起こる温度であれば特に制限はないが、例えば50~150℃で行われる。前記範囲の上限を超えると発泡する場合があります、一方、前記範囲の下限より低いと硬化が遅いという欠点を有する。

【0028】本発明の製造方法においては、樹脂成形材料に連鎖移動剤及び重合開始剤を含有させ、かつその含有量を調整することによりTgの値を調整する。樹脂成形材料に含有させる連鎖移動剤の量は、樹脂成形材料中の一又は複数のモノマーの全量に100モルに対して、上限は1モル、好ましくは0.3モルであり、一方下限は0.001モル、好ましくは0.03モルである。連鎖移動剤の含有量が上記の上限を超えると、得られるプラスチック樹脂が線引しにくいという欠点を有し、一方上記の下限未満だと線引時に断線しやすいという欠点を有し、結果として良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバが得られない。

【0029】また、樹脂成形材料に含有させる重合開始剤の量は、樹脂成形材料中の一又は複数のモノマーの全量に100モルに対して、上限は3モル、好ましくは1モルであり、一方下限は0.003モル、好ましくは0.1モルである。重合開始剤の含有量が上記の上限を超えると、得られるプラスチック樹脂が線引しにくいという欠点を有し、一方上記の下限未満だと樹脂が未硬化になり易いという欠点を有し、結果として良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバが得られない。

【0030】本発明においては、連鎖移動剤及び重合開始剤を上記範囲内において含有させかつそれぞれの量を調節することにより各層のTgを調節する。

【0031】本発明の方法において用いる連鎖移動剤としては、メルカプト化合物が好ましく用いられ、例えばn-ブチルメルカプタン、n-ペンチルメルカプタン、n-オクチルメルカプタンを挙げることができる。

【0032】本発明の方法において用いる重合開始剤としては、10時間半減期温度が50℃~200℃のものが好ましく用いられ、例えばt-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネート、t-ブチルペルオキシアセテート、ジ-t-ブチルペルオキシド、過酸化ベンゾイルを挙げることができる。

【0033】上記連鎖移動剤と重合開始剤の組み合わせは任意である、適宜選択されうる。

【0034】本発明の一つの製造方法においては、更に、プラスチック光ファイバのコア層の少なくとも一つの層を形成するための上記モノマーを含有する樹脂成形材料にドーパントを含有させることを特徴とする。これにより、より良好にTgの調整が可能であり、より良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバを得ることができる。

【0035】本発明において用いるドーパントの種類は、Tgの調整という本発明の目的に合うものであれば特に限定されないが、例えば、ジフェニルスルフィド、フタル酸ベンジルn-ブチル、安息香酸ベンジル、ジフェニルメタン等を挙げることができる。

【0036】本発明のもう一つの製造方法においては、更に、プラスチック光ファイバのクラッド層及びコア層のうちの少なくとも二つの層を形成するための上記モノマーを含有する樹脂成形材料にドーパントを2種以上含有させることを特徴とする。ドーパントを2種以上用いることにより、Tgの調節がより容易となりより良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバを製造することが可能である。本発明のこの態様において用いられるドーパントの種類は上記と同様、Tgの調整という本発明の目的に合うものであれば特に限定されないが、例えば、ジフェニルスルフィド、フタル酸ベンジルn-ブチル、安息香酸ベンジル、ジフェニルメタン等から2種以上を選択して用いることができる。本発明の方法においては、2種以上のドーパントを用いる場合は、同じ層を形成する樹脂成形材料に2種以上のドーパントを含有させても良く、また、異なる層を形成する樹脂成形材料に応じて加えるドーパントの種類を変えても良い。

【0037】本発明の方法は、屈折率分布が階段状になっているプラスチック光ファイバー及びグレーテッドインデックス型プラスチック光ファイバーの製造のいずれにも好適に使用可能である。

【0038】本発明の製造方法により製造されたプラスチック光ファイバの外側に、更に屈折率がクラッド層よりも大きい層を1層以上形成することが可能である。このようないわゆるジャケット層によりプラスチック光ファイバの保護がはかれる。

【0039】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0040】

【実施例】以下に示す実施例において、ガラス転移温度は全て、DSC (MAC SCIENCE社製、モデルDSC3100)を用いて、試料重量50mg、昇温速度10℃/分の条件にて測定した。

【0041】(実施例1)メチルメタクリレート120mlを水平に保持した長さ40cm、内径18mmのガラス製円筒管に入れ、更にメチルメタクリレート100重量部に対して連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.40重量部及び重合開始剤としてt-ブチルペルオキシソプロピルカーボネートを0.80重量部を添加した後、円筒管の開口部をゴム栓でシールし、次いで円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最

外層となるべきこの重合管のTgは、90℃であった。

【0042】次いで、メチルメタクリレートとジフェニルスルフィドを重量比で31:5に混合した混合溶液を用意し、これを97ml(これを100重量部とする)、前記で製造した重合管に入れ、更に、メチルメタクリレート100重量部に対して連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.15重量部及び重合開始剤としてt-ブチルペルオキシソプロピルカーボネートを0.50重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径10mmの重合管が得られた。重合管の内層のTgは、75℃であった。

【0043】次いで、メチルメタクリレートとジフェニルスルフィドを重量比で4:1に混合した混合溶液を用意し、これを80ml、前記で製造した重合管に入れ、上記と同じ操作をした結果、外径18mm、内径4mmのプラスチック製円筒管(母材)が得られた。円筒管の最内層のTgは、55℃であった。

【0044】上記操作で得たプラスチック円筒管の片端をテープで封止し、管内の圧力を660mmHgの減圧状態に保ちながら、円筒管(母材)を30rpmで回転させながら、片端から180℃に加熱し母材を中実化した。この中実化した母材を、張力50gにて250℃で熱延伸し、直径0.75mmのグレーテッドインデックス型プラスチック光ファイバ(GI-POF)を製造した。この光ファイバの伝送損失を、白色光源(安藤電気製、AQ-4303B)及びスペクトルアナライザ(安藤電気製、AQ-6315B)を用いて測定した。その結果、伝送損失は波長650nmにおいて160dB/kmという高い光学特性を有していることが判った。

【0045】(比較例1)メチルメタクリレート120mlを水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円筒管内に入れ、更にメチルメタクリレート100重量部に対して連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.1重量部及び重合開始剤としてt-ブチルペルオキシソプロピルカーボネートを0.30重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管のTgは、108℃であった。

【0046】次いで、メチルメタクリレートとジフェニルスルフィドを重量比で31:5に混合した混合溶液を用意し、これを97ml、前記で製造した重合管に入れ、更にメチルメタクリレート100重量部に対して、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.15重量部及び重合開始剤としてt-ブチルペルオキシソプロピルカーボネートを0.50重量部を加えた後、開口

イバの伝送損失を、白色光源（安藤電気製、AQ-4303B）及びスペクトルアナライザ（安藤電気製、AQ-6315B）を用いて測定した。その結果、伝送損失は波長650nmにおいて150dB/kmという高い光学特性を有していることが判った。

【0053】（比較例2）メチルメタクリレートと2, 2, 2-トリフルオロエチルメタクリレートとを体積比で8:1で混合した混合溶液を用意し、これを120mlを水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円筒管に入れ、更にメチルメタクリレート及び2, 2, 2-トリフルオロエチルメタクリレートの合計100重量部に対して、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.15重量部及び重合開始剤としてt-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを0.50重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管のT<sub>g</sub>は、90℃であった。

【0054】次いで、メチルメタクリレート97mlを前記で製造した重合管に入れ、更にメチルメタクリレート100重量部に対して、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.15重量部及び重合開始剤としてt-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを0.30重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径10mmの重合管が得られた。重合管の内層のTgは、108℃であった。

【0055】次いで、メチルメタクリレートとジフェニルスルフィドを重量比で4：1に混合した混合溶液を用意し、これを80ml、前記で製造した重合管に入れ、メチルメタクリレート及びジフェニルスルフィドの合計100重量部に対して、重合開始剤としてジ-*n*-ブチルペルオキサイドを0.05重量部のみを加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させ、更に上記と同じ操作とした結果、外径18mm、内径4mmのプラスチック製円筒管（母材）が得られた。円筒管の最内層のT<sub>g</sub>は、40℃であった。

【0056】実施例1と同様の方法で、上記操作で得たプラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径0.75mmのGI-POFを製造した。この光ファイバの伝送損失を、実施例1と同様にして測定したところ、波長650nmにおいて300dB/kmであった。

【0057】（実施例3）2，2，2-トリフルオロエチルメタクリレート120mlを水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円筒管内に入れ、連鎖移動剤と

50

11

してn-ブチルメルカプタンを0.12重量部及び重合開始剤としてn-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを0.30重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管のTgは、78℃であった。

【0058】次いで、2,2,2-トリフルオロエチルメタクリレートとメチルメタクリレートをそれぞれ体積比で7:1に混合した混合溶液を用意し、これを97ml、前記で製造した重合管に入れ、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.12重量部及び重合開始剤としてn-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを0.30重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径10mmの重合管が得られた。重合管の内層のTgは、83℃であった。

【0059】次いで、2,2,2-トリフルオロエチルメタクリレートとメチルメタクリレートを体積比で3:1に混合した混合溶液を用意し、これを80ml、前記で製造した重合管に入れ、上記と同様の操作をした。その結果、外径18mm、内径4mmのプラスチック製円筒管(母材)が得られた。円筒管の最内層のTgは、88℃であった。

【0060】実施例1と同様の方法で、上記操作で得たプラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径0.75mmのグレーテッドインデックス型プラスチック光ファイバ(GI-POF)を製造した。この光ファイバの伝送損失を、白色光源(安藤電気製、AQ-4303B)及びスペクトルアナライザ(安藤電気製、AQ-6315B)を用いて測定した。その結果、伝送損失は波長650nmにおいて140dB/kmという高い光学特性を有していることが判った。

【0061】(実施例4)メチルメタクリレートと2,2,2-トリフルオロエチルメタクリレートを体積比で8:1に混合した混合溶液を用意し、この120mlを水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円筒管に入れ、次いで、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.15重量部及び重合開始剤としてn-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを0.50重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管のTgは、90℃であった。

【0062】次いで、メチルメタクリレートとフタル酸

12

ベンジルー-n-ブチルを重量比で15:2に混合した混合溶液を用意し、これを97ml、前記で製造した重合管に入れ、更にメチルメタクリレート100重量部に対して、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.15重量部及び重合開始剤としてn-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを0.50重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径10mmの重合管が得られた。重合管の内層のTgは、80℃であった。

【0063】次いで、メチルメタクリレートとジフェニルスルフィドを重量比で6:1に混合した混合溶液を用意し、これを80ml、前記で製造した重合管に入れ、上記と同様の操作をした。その結果、外径18mm、内径4mmのプラスチック製円筒管(母材)が得られた。円筒管の最内層のTgは、70℃であった。

【0064】実施例1と同様の方法で、上記操作で得たプラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径0.75mmのグレーテッドインデックス型プラスチック光ファイバ(GI-POF)を製造した。この光ファイバの伝送損失を、白色光源(安藤電気製、AQ-4303B)及びスペクトルアナライザ(安藤電気製、AQ-6315B)を用いて測定した。その結果、伝送損失は波長650nmにおいて140dB/kmという高い光学特性を有していることが判った。

【0065】(実施例5)メチルメタクリレートとジフェニルスルフィドを重量比で31:5に混合した混合溶液を用意し、これを120mlを水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円筒管に入れ、次いで、メチルメタクリレート100重量部に対して、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.15重量部及び重合開始剤としてn-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを0.50重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管のTgは、75℃であった。

【0066】次いで、メチルメタクリレートとジフェニルスルフィドを重量比で4:1に混合した混合溶液を用意し、これを97ml、前記で製造した重合管に入れ、上記と同様の操作をした結果、外径18mm、内径4mmの重合管が得られた。重合管の内層のTgは、55℃であった。

【0067】次いで、上記の操作で製造した重合管を回転させながら、ワニス状にしたポリメチルメタクリレートを片端から、10cm/分の速度にて吹き付け、その後、120℃で乾燥させた。この操作を50回繰り返した。その結果、円筒管の最外層にクラッド層を形成し



た。クラッド層のT<sub>g</sub>は、95℃であった。

【0068】実施例1と同様の方法で、上記操作で得たプラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径0.75mmのグレーテッドインデックス型プラスチック光ファイバ(GI-POF)を製造した。この光ファイバの伝送損失を、白色光源(安藤電気製、AQ-4303B)及びスペクトルアナライザ(安藤電気製、AQ-6315B)を用いて測定した。その結果、伝送損失\*

\*は波長650nmにおいて170dB/kmという高い光学特性を有していることが判った。

【0069】実施例1～5及び比較例1～2の、各層のT<sub>g</sub>、最大のT<sub>g</sub>と最小のT<sub>g</sub>の差(ΔT<sub>g</sub>)、隣接する層間のT<sub>g</sub>の差及び伝送損失を表1に示す。

【0070】また、最大のT<sub>g</sub>と最小のT<sub>g</sub>の差(ΔT<sub>g</sub>)と伝送損失の関係を図2に示す。

【0071】

【表1】

	ΔT <sub>g</sub>	クラッド層のT <sub>g</sub>	クラッド層とコア外層とのΔT <sub>g</sub>	コア外層のT <sub>g</sub>	コア外層とコア内層とのΔT <sub>g</sub>	コア内層のT <sub>g</sub>	伝送損失
実施例1	35℃	90℃	15℃	75℃	20℃	55℃	180 dB/km
比較例1	53℃	108℃	33℃	75℃	20℃	55℃	240 dB/km
実施例2	30℃	85℃	10℃	75℃	20℃	55℃	150 dB/km
比較例2	68℃	90℃	18℃	108℃	68℃	40℃	300 dB/km
実施例3	10℃	78℃	5℃	83℃	5℃	88℃	140 dB/km
実施例4	20℃	90℃	10℃	80℃	10℃	70℃	140 dB/km
実施例5	40℃	95℃	20℃	75℃	20℃	55℃	170 dB/km

【0072】前記表及び図2より、本発明の方法により製造されたプラスチック光ファイバの伝送特性が優れていることが判った。

【0073】

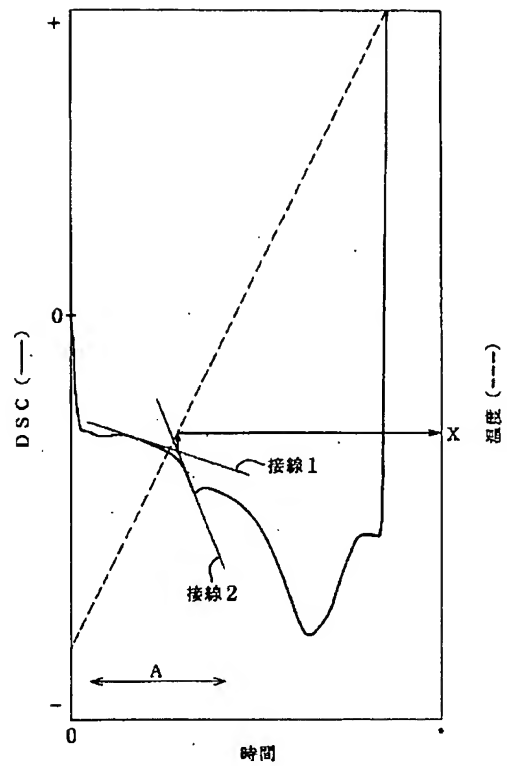
【発明の効果】本発明のプラスチック光ファイバは、線引工程において、各層のT<sub>g</sub>の差に基づく欠点、例えば発泡を生じることがないので、良好な光学特性、たとえば良好な伝送損失を示す。その結果、より少ない伝送損失が求められ種々の分野において特に有用である。 ※

※【図面の簡単な説明】

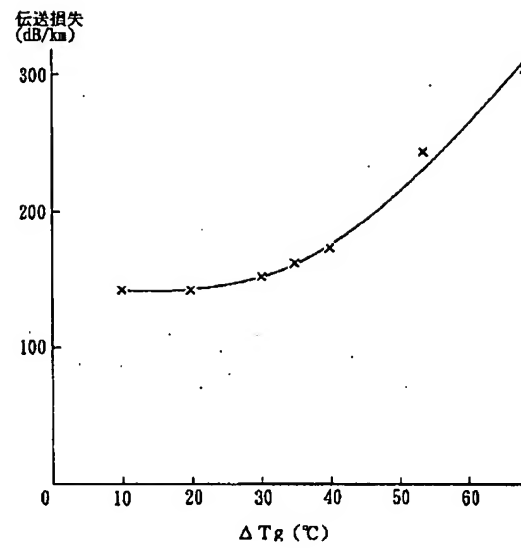
【図1】図1は、T<sub>g</sub>の測定において現れるDSCのパターンと、そのパターンからのT<sub>g</sub>の検出を模式的に示したものである。

【図2】図2は、実施例1～5及び比較例1～2のプラスチック光ファイバについて、最大のT<sub>g</sub>と最小のT<sub>g</sub>の差(ΔT<sub>g</sub>)に対して伝送損失をプロットした図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 松田 裕男  
 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電  
 気工業株式会社横浜製作所内